

Traitements thermiques de rétentat (X2) d'ultrafiltration de lait dans un échangeur à plaques : aspects thermiques, hydrodynamiques et encrassement par comparaison au lait et au lactosérum

M. ROIGNANT, G. DAUFIN, Françoise MICHEL, L. KERHERVE
et G. BRÛLE

*I.N.R.A., Laboratoire de Recherches de Technologie laitière
65, rue de Saint-Brieuc - 35042 Rennes cedex - France*

Résumé

Ce travail décrit des moyens de mesure de l'encrassement d'un échangeur de chaleur à plaques basés sur les perturbations hydrodynamiques ou thermiques et sur la mesure de la masse de dépôt et évalue leur validité pour des traitements thermiques de courte durée (1,66 h en général).

Sur la base des mesures de masses de dépôt, le lait, le rétentat x2 et le lactosérum sont comparés du point de vue pouvoir encrassant et faisabilité du traitement thermique. Le rétentat x2, qui se révèle avoir un comportement très peu différent de celui du lait sur le plan thermique et hydrodynamique, est, par contre, légèrement plus encrassant que le lait. Le lactosérum présente, au contraire, dans les mêmes conditions de traitement thermique, un fort pouvoir encrassant comparé à celui des fluides précédents.

La contribution respective des protéines solubles et des sels minéraux dans l'encrassement est discutée.

Mots clés : Encrassement - Echangeur thermique - Rétentat d'ultrafiltration - Lait - Lactosérum.

Summary

Heat treatment of x2 milk ultrafiltration retentate with a plate heat exchanger : thermal, hydrodynamic and fouling aspects compared with milk and whey

Utilization of x2 milk ultrafiltration retentate and prospect of development of this raw material led us to study its behaviour during heat treatment particularly from the point of view of its fouling potential. The study was carried out in comparison with milk and whey. In the V7 VICARB plate heat exchanger flow rate and fluid processing temperature were bound together. It was equipped with temperature and pressure sensors to follow hydrodynamic and thermal disturbances related to fouling. Fouling was also

evaluated by weighing deposits on each plate in purpose to determine deposit mass profile along the exchanger.

Fluids, on which physicochemical composition was analysed, were raw whole bulk milk, x2 milk ultrafiltration retentates and sweet whey. Heat treatments were carried out using a 300 l.h⁻¹ flow rate at 95° C processing temperature with 20 or 146 s mean holding time. Generally, duration of experiment was 1.66 h.

During short time experiments, pressure drop and heat transfer rate measurements had not enough significant variation for fouling to be followed. Only weighing of heat exchange plates allowed to follow fouling kinetics.

In three experiments with milk, a maximum of deposit mass was observed at about 85° C ; fouling began at about 70° C. With x2 milk retentate fouling location was similar to that of milk. Quantitatively, fouling by retentate was slightly higher. Whey gave more fouling than the previous products ; deposit began at about 60° C and was maximum at 76° C.

Fouling by milk seemed essentially related to β -lactoglobulin heat denaturation and calcium salts precipitation. Qualitatively, phenomena were not very different with milk retentate ; only their relative importance varied and led to a slightly higher fouling potential. But, heat treatment of this product with a plate heat exchanger presented no more problems than the one applied to milk.

Whey fouling potential might be related to absence of caseins which fixes calcium in milk.

Key words : Fouling - Heat exchanger - Ultrafiltration retentate - Milk - Whey.

Introduction

L'ultrafiltration du lait à différents niveaux de la chaîne technologique s'est largement développée au cours des dernières années, soit pour standardiser la teneur en protéines de la matière première pour mieux maîtriser la fabrication du fromage, soit pour améliorer les rendements fromagers (ROUSSEAU *et al.*, 1978). Par ailleurs, on envisage à moyen terme, au niveau de la production, de combiner l'ultrafiltration du lait pour l'obtention d'un rétentat x2 et un traitement thermique (MAUBOIS et MAHAUT, 1974 ; BENARD *et al.*, 1981 ; BENARD, 1983). Un bouleversement des données de l'économie laitière peut en résulter (MAUBOIS, 1980).

Dans une telle hypothèse, l'industrie laitière devrait être confrontée à la transformation d'une nouvelle matière première qui sera le plus souvent un rétentat concentré 2 fois par ultrafiltration de lait. Comme le lait, ce concentré sera traité thermiquement à des fins hygiéniques (destruction des germes pathogènes) et technologiques (réduction de la flore banale améliorant la stabilité du produit avant transformation). En outre, dans les fabrications fromagères, on cherchera à modifier les caractéristiques biochimiques et physicochimiques du rétentat (dénaturation des protéines solubles ; répartition des sels minéraux entre phase soluble et phase colloïdale) par des traitements thermiques réalisés dans des conditions de température et de temps de séjour bien définies afin de modifier la texture du caillé et d'améliorer le rendement (MAHAUT et PANNETIER, 1983).

Les travaux de BRULÉ *et al.* (1978) et PIERRE *et al.* (1977, 1978) réalisés dans des conditions de laboratoire (long temps de séjour à la température de traitement) avaient montré que le traitement thermique affectait différemment le

lait et les rétentats d'ultrafiltration. Ainsi, le rapport calcium colloïdal/protéines variait d'autant moins, au cours du traitement thermique, que la concentration en protéines était élevée. Ainsi également, les protéines solubles étaient plus sensibles à la dénaturation thermique dans les rétentats.

Ces différents éléments conduisaient à étudier, à l'échelle préindustrielle, la faisabilité de traitements thermiques appliqués à des rétentats d'ultrafiltration à l'aide d'un échangeur à plaques. Les aspects hydrodynamiques et thermiques et l'encrassement ont été pris en considération. Après la mise en place de la plate-forme de traitement thermique et des moyens de saisie de données en temps réel, nous avons caractérisé l'échangeur aux plans hydrodynamique et thermique et analysé la réponse des capteurs et la qualité des régulations. Ensuite, un essai de longue durée sur du lait a permis d'évaluer la sensibilité des capteurs d'encrassement. Enfin, et c'était là notre objectif principal, nous avons étudié le comportement de l'échangeur au cours de traitements thermiques de quelques produits laitiers : rétentat x2 d'ultrafiltration du lait ; lait ; lactosérum. Le lait était utilisé comme fluide de référence tandis que le lactosérum trouvait une place toute logique dans notre travail en raison de son pouvoir encrassant bien connu et de l'intérêt très récent du traitement thermique de ce fluide en vue de sa clarification (MELACHOURIS, 1984 ; FAUQUANT *et al.*, 1985). Tout au long de cette campagne d'essais, nos collègues MAHAUT et PANNETIER (1983) ont étudié les conséquences physicochimiques, biochimiques et technologiques des traitements thermiques effectués sur les rétentats x2.

I. Matériel et méthodes

A. Plate-forme de traitement thermique

La plate-forme de traitement thermique comportait essentiellement une pompe volumétrique (motopompe Moineau type LC3) assurant un débit variable de 0 à 1 200 l.h⁻¹, un échangeur de chaleur à plaques (Vicarb type V7) et une chaudière de production d'eau chaude munie d'une pompe de circulation assurant un débit réglé à 1 000 l.h⁻¹.

B. Echangeur de chaleur à plaques (tabl. 1)

Le modèle utilisé était un échangeur type V7 construit par la Société Vicarb (38400 Saint-Martin-d'Hères). Les principales caractéristiques géométriques et physiques des plaques ont été rappelées par CORRIEU et LALANDE (1978).

Les plaques, d'aire d'échange utile : $7,5 \cdot 10^{-2}$ m², en acier inoxydable 17 % Cr (AISI 430), étaient réparties, comme cela est classique en laiterie, en quatre zones. La zone de récupération de chaleur avait une partie « aller » (ZRA) et une partie « retour » (ZRR). Chaque partie avait un volume de 9,5 l et 31 canaux. La zone de chauffage (ZC) permettait de porter le produit réchauffé dans la zone ZRA à sa température de traitement par circulation d'eau chaude. La zone de chambrage (ZCHAMB) était reliée à la zone de récupération « retour » (ZRR) par un tube extérieur de longueur variable. Le volume total de la zone

TABLEAU I

Caractéristiques thermiques et hydrodynamiques de l'échangeur VICARB V7 : données du constructeur calculées pour un taux de récupération $\tau = 90\%$

Hydrodynamic and thermal characteristics of V7 VICARB heat exchanger : calculated supplier data with a 90% regeneration rate

		ZONE			
		Réfrigération	Récupération	Chauffage	Chambrage
Nature des fluides*	Fa	eau glacée	produit	produit	produit
	Fb	produit	produit	eau chaude	
Nombre de plaques		15	63	11	0 à 35**
Surface d'échange (m ²)		0,975	4,575	0,675	—
Nombre de passes × nombre de canaux par passe	Fa	(5 × 1) + (1 × 2)	31 × 1	5 × 1	—
	Fb	7 × 1	31 × 1	(1 × 2) + (3 × 1)	
Débits (l.h ⁻¹)	Fa	700	300	300	300
	Fb	300	300	700	
Températures (°C) (exemples pour du rétentat × 2 de lait traité à 95° C)	Fa	5 → 7,4	4 → 85,9	85,9 → 95	95
	Fb	7 ← 13,1	13,1 ← 95	94,3 ← 98	
Perte de charge en Pa (× 10 ⁵) calculée pour du rétentat × 2 de lait	Fa	0,293	0,549	0,070	0 à 0,109
	Fb	0,203	0,531	0,133	

* Dans chaque zone de l'appareil, l'échange thermique se fait entre deux fluides notés Fa et Fb.

** La zone de chambrage comporte également systématiquement un tube calorifugé (raccord tubulaire) d'un volume de 1,6 à 1,8 l qui ramène le produit laitier chauffé et chambré vers la zone de récupération « retour ».
Le volume de chaque zone peut être calculé en prenant un volume moyen de 0,307 litre par canal.

de chambrage, incluant le tube extérieur, variait de 1,6 à 12,3 l suivant le nombre de canaux utilisé (0 à 34). Le produit était maintenu à sa température de traitement pendant un temps, appelé par la suite « temps de chambrage », fixé par le rapport entre le volume de cette zone et le débit volumique. Enfin, dans la zone de refroidissement, le produit était amené à sa température de stockage par circulation d'eau glacée.

Le volume de chaque zone a été calculé à partir de la mesure des temps de séjour moyens par injection de sulfate de sodium à 100 g.l⁻¹ à l'entrée de la zone et mesure des variations de conductivité à sa sortie (DESMARES, 1982). C'est ainsi que le temps de séjour moyen total dans l'appareil (chambrage complet de 34 canaux) était 424 ± 2 s pour un débit de 300 l.h⁻¹, correspondant à un volume total de 35,3 l.

L'appareil a été dimensionné par le constructeur pour le traitement à 95° C de rétentat (x2) d'ultrafiltration de lait à un débit de 300 l.h⁻¹, avec un taux de récupération de 90 % (voisin des 90 à 95 % pratiqués dans l'industrie laitière). La configuration exacte (nombre de plaques, surface d'échange et distribution des passes et canaux par zone) est donnée dans le tableau 1.

C. Régulateurs et capteurs

Notre plate-forme comprenait des boucles de régulation dont les principes ont été proposés par CORRIEU et LALANDE (1978) et que nous avons adaptés à nos besoins propres. La boucle de régulation du débit de produit était constituée d'un débitmètre électromagnétique Krohne Altflux type MID 31 DN 10 et d'un régulateur P.I.D. CORECI Staticor SYE 5A91. La boucle de régulation de la température du produit était constituée d'un capteur de température (sonde Pt 100 Ω , R $8 \pm 0,03^\circ$ C, Comptoir Lyon Alemand Louyot) et d'un régulateur P.I.D. CORECI Staticor SYE 5A 81 dont l'actionneur agissait sur une unité de puissance CORECI UP3L, 25 A, 380 V, alimentant le thermoplongeur de la chaudière. La puissance consommée par le thermoplongeur de la chaudière était mesurée par un wattmètre Schlumberger ENERTEC PAR 1232. Dix capteurs de température constitués par des sondes Pt 100 Ω R8, $\pm 0,03^\circ$ C, Comptoir Lyon Alemand Louyot, permettaient la mesure des températures du produit, de l'eau chaude et de l'eau glacée à l'entrée et à la sortie des différentes zones de l'échangeur. Un capteur de différence de pression (ΔP) (Schaevitz type P 2142 - 0001, étendue de mesure $10^5 \pm 250$ Pa) était implanté aux bornes de la section de chauffage du produit.

D. Saisie des données en temps réel : données brutes

L'ensemble des signaux des capteurs de mesure (températures, débit, différence de pression, puissance, conductivité) était centralisé sur un micro-ordinateur Apple II (Apple Computer Inc., Cupertino, Ca., U.S.A.) par l'intermédiaire d'un convertisseur analogique numérique (A/N) type μ MAC-4000 (Analog Devices, Norwood, Ma., U.S.A.) et d'une interface série type RS 232 (M.I.D., Paris). Le programme de saisie des données était écrit en Basic, langage suffisamment rapide, compte tenu de la vitesse d'évolution des paramètres à étudier. Une description détaillée de ce type de saisie et en particulier la procédure permettant de

lever une difficulté grave liée au fait que le langage Basic Applesoft n'était pas compatible avec les chaînes de caractères envoyés par le convertisseur analogique-numérique est donnée par l'un d'entre nous dans KOROLCZUK *et al.* (1985).

E. Caractéristiques hydrodynamiques de l'échangeur

Les caractéristiques hydrodynamiques étaient évaluées en mesurant la perte de charge dans la zone de chauffage en fonction du débit d'eau à 20° C, variable de 0 à 1 200 l.h⁻¹. La connaissance de la géométrie de l'échangeur et des caractéristiques physiques du fluide (viscosité, masse volumique) permet de calculer deux nombres sans dimension : le nombre de Reynolds (Re) et le nombre de Darcy (Da) qui sont liés par une relation caractérisant l'échangeur au plan hydrodynamique (ROIGNANT *et al.*, 1983 a).

F. Conduite d'un essai

Pour évaluer les caractéristiques hydrodynamiques de l'échangeur avant tout encrassement, une série de mesures était effectuée sur eau froide. Les performances d'échange à contre-courant (2.7.2) étaient ensuite déterminées par des mesures sur eau chaude, après équilibrage du débit et de la température. L'encrassement était enfin suivi par la modification des caractéristiques hydrodynamique et thermique lors du passage du produit (à l'instant 0, ΔP était mesuré et U_0 calculé) et par une comparaison de ces caractéristiques à celles après encrassement lors d'une phase finale de mesures sur eau.

A la fin de chaque essai, les masses de dépôt par face de plaque étaient mesurées. A cette fin, l'échangeur était démonté et les plaques séchées à l'étuve à 100° C pendant 20 min. Après refroidissement, elles étaient pesées à l'aide d'une balance (précision $\pm 0,01$ g). L'échangeur était alors remonté et les zones de récupération « aller », chauffage et chambrage étaient nettoyées, à un débit de 600 l.h⁻¹, suivant la séquence :

- solution de soude (2 %) à 80° C, 20 min ;
- rinçage à l'eau ;
- solution d'acide nitrique (2 %) à 60° C, 20 min ;
- rinçage final à l'eau froide, 10 min.

Après un nouveau démontage et séchage, la pesée des plaques permettait d'obtenir par différence la masse de dépôt de chaque face des canaux de la zone de récupération « retour ».

L'échangeur était enfin remonté pour un nettoyage général selon le protocole décrit précédemment.

Des répétitions sur les pesées ont montré que l'erreur absolue sur la masse était inférieure ou égale à 0,1 g. Ces divers éléments permettaient de retenir comme significatifs des encrassements correspondant à une densité de dépôt (masse par unité de surface exprimée en g.m⁻²) supérieure à 1,33. Dans la zone de chambrage, nous avons vérifié que la masse de dépôt était sensiblement égale sur les deux faces d'une même plaque. En conséquence, la masse de dépôt mesurée sur une plaque était divisée par deux en vue de la représentation de la répartition des densités de dépôts dans l'échangeur.

Le calcul de la masse totale de dépôt dans la zone de récupération « aller » (ZRA) et de chauffage (ZC) permettait de comparer des essais de durée identique réalisés avec des durées de chambrage différentes.

G. Traitement des données : données réduites

L'ensemble des données brutes recueillies lors d'un essai était transformé, en temps différé, en données réduites représentatives du fonctionnement de l'échangeur et de son encrassement et les résultats étaient traduits sous forme graphique par un programme de tracé des courbes calculant automatiquement les axes et leur graduation en fonction de l'amplitude des phénomènes à représenter.

1. Données hydrodynamiques

A partir de considérations sur les lois de pertes de charge dans les échangeurs de chaleur, LALANDE *et al.* (1981) ont montré que l'on pouvait calculer une épaisseur équivalente de dépôt e_d , existant à un moment donné, suivant la relation :

$$e_d = \frac{D_o}{4} \left(1 - \sqrt[3]{\frac{\Delta P_o}{\Delta P}} \right) \quad (1)$$

2. Données thermiques

Nous rappelons les données que nous avons utilisées :

Taux de récupération : le taux de récupération de la chaleur (τ) dans l'échangeur était calculé suivant la relation :

$$\mathcal{C} = \frac{\text{Chaleur récupérée}}{\text{Chaleur fournie}} = \frac{\dot{Q} (C_{P4}T_4 - C_{P5}T_5)}{\dot{Q} (C_{R3}T_3 - C_{P1}T_1)} \times 100 \quad (2)$$

Résistance au transfert de chaleur (R_f) : le coefficient global d'échange (U) se décompose en quatre termes suivant la relation :

$$\frac{1}{U} = \frac{1}{h_a} + \frac{1}{h_b} + \frac{e}{\lambda_s} + R_f \quad (3)$$

Si l'encrassement est nul ($R_f = 0$), U_o peut être calculé à partir de :

$$\frac{1}{U_o} = \frac{1}{h_a} + \frac{1}{h_b} + \frac{e}{\lambda_s} \quad (4)$$

Dans le cas de notre échangeur, l'épaisseur de la plaque d'acier inoxydable était $8,0 \cdot 10^{-4}$ m et la conductibilité thermique du matériau était $16,3 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

TABLEAU II

Composition chimique (g.kg⁻¹) des fluides utilisés lors des traitements thermiques - Conditions expérimentales
Chemical analysis (g.kg⁻¹) of fluids used for the studied heat treatments - Experimental conditions

Essai	09T	02T	07T	10T	01T	04T	03T	06T
produit	Lacto-sérum	Lait			Rétentat × 2			eau
Extrait sec total (EST)	66,4	119,8	123,3	119,7	179,9	189,8	178,9	—
Matières azotées totales (MAT) (× 6,38)	8,8	32,0	31,5	31,9	56,7	60,8	60,5	—
Azote non caséinique (NCN)	8,8	8,5	8,2	7,8	13,6	14,0	5,5	—
Azote non protéique (NPN)	2,4	2,0	2,0	1,8	1,9	2,0	2,0	—
Protéines solubles totales	6,4	6,5	6,2	6,0	11,7	12,0	3,5	—
β-lactoglobuline + α-lactalbumine non dénaturées	5,5	5,0	4,5	5,0	8,1	9,4	1,1	—
Cendres	5,80	7,29	7,35	6,50	9,24	9,06	9,25	—
Calcium	soluble	0,63	0,35	0,31	—	0,34	0,39	0,29
	total	0,69	1,12	1,10	—	1,70	1,92	1,94
Matières grasses (MG)	—	36,5	38,0	37,5	68,0	71,5	66,0	—
pH	5,8	6,6	6,6	6,7	6,6	6,6	6,6	—
Température de traitement T ₃ (°C)	95,2	95,8	95,4	95,8	96,1	96,0	96,5	96,2
Ecart type : σ (°C)	0,8	0,7	0,7	0,1	0,5	0,1	0,7	0,9
Durée de chambrage (s)	146	146	20	146	146	20	146	20
Débit (l.h ⁻¹)	298,8	301,1	300,9	299,7	300,7	301,0	300,7	301,5
Ecart type : σ (l.h ⁻¹)	0,5	2,1	0,5	0,5	0,4	0,3	0,5	0,3
Durée de l'essai (h)	1,66	3,33	6,00	1,66	1,66	1,66	1,66	3,00

Le calcul de U , pour une zone d'échange donnée, peut être obtenu à partir de la puissance thermique échangée dans cette zone à un moment donné :

$$U.A.\Delta T_{m1}.F_T = \dot{Q} (C_{Rn}T_n - C_{Rn-1}T_{n-1}) \quad (5)$$

L'identification du facteur correctif, F_T , supposé constant pendant l'essai, était faite en utilisant dans la relation (5) les mesures effectuées sur eau chaude après équilibrage du débit et de la température. U_o était calculé d'après la relation (4) en utilisant, pour calculer h_a et h_b , la relation établie par le constructeur :

$$Nu = 0,218 Re^{0,67} Pr^{0,4} \quad (6)$$

Au cours d'un essai, les variations de U , donc de R_f , traduisaient les variations d'échange de chaleur sous l'influence de l'encrassement.

II. Fluides utilisés et conditions expérimentales

A. Fluides

La composition chimique et les caractéristiques physicochimiques des fluides étudiés sont données dans le tableau 2. Les analyses chimiques étaient effectuées selon les méthodes dont les références ont été données antérieurement (ROIGNANT *et al.*, 1983 a). Le calcium était dosé par spectrophotométrie d'absorption atomique selon la méthode de BRULÉ *et al.* (1974). Le calcium total était dosé directement dans le produit et le calcium soluble dans le perméat d'ultrafiltration réalisée sur membrane d'ultrafiltration conique Amicon CF 25 à température ambiante et sous centrifugation (1 000 g pendant 30 min) (PIERRE *et al.*, 1983).

Les laits étaient des laits crus entiers de grand mélange. Les rétentats étaient obtenus par ultrafiltration de lait à 55° C sur module Romicon équipé de membranes à fibres creuses du type PM 50, développant une surface de 4,9 m². Le rétentat de l'essai 03T provenait de l'ultrafiltration du lait traité thermiquement au cours de l'essai 02T. Enfin, le lactosérum était issu d'une fabrication de fromage à pâte molle (Camembert) (essai 09T).

B. Conditions expérimentales

Tous les essais étaient réalisés au débit de 300 l.h⁻¹ et duraient 1,66, 3,33 ou 6 h selon le cas. La température de traitement de 95° C et les durées de chambre de 20 ou 146 s du produit à cette température constituaient des conditions de traitements thermiques préalables à des fabrications fromagères (MAHAUT et PANNETIER, 1983).

C. *Caractéristiques physiques des fluides*

Les caractéristiques physiques des fluides (C_p , η , λ , ρ) nécessaires pour effectuer les calculs des grandeurs thermiques et hydrodynamiques étaient puisées dans un travail antérieur (ROIGNANT *et al.*, 1983 a).

III. Résultats

A. *Caractéristiques hydrodynamiques*

L'établissement de la relation expérimentale $Da = f(Re)$ avait permis de montrer que le régime turbulent était établi pour une valeur de Re supérieure à 970 (ROIGNANT *et al.*, 1983 a).

B. *Pertes de charge et profil thermique*

Les mesures de perte de charge dans la section de chauffage étaient effectuées au cours d'essais de traitement thermique de produits à 95° C. En début de traitement thermique (en dehors de tout encrassement) les pertes de charge variaient de 6 600 à 8 000 Pa, indépendamment du produit (eau, lactosérum, lait, rétentat x2).

Les températures mesurées en différents points de l'échangeur permettaient de tracer les profils thermiques correspondant à chaque essai. En première approximation, nous avons considéré que, dans chaque zone, ces profils étaient linéaires (fig. 1 et 2). Nous avons pu noter que les légères variations de la température d'entrée du produit d'un essai à l'autre (parfois quelques degrés) entraînaient des variations dans le même sens des autres températures, à l'exception, bien entendu, de T_3 , température de consigne du traitement. Pour des températures d'entrée voisines, les essais étaient parfaitement reproductibles au plan thermique, aucune différence significative n'apparaissant entre lait et lactosérum.

Des taux de récupération compris entre 92,7 et 96 % ont été calculés, les valeurs les plus élevées étant obtenues avec le rétentat x2 en raison de températures d'entrée plus élevées, 40 à 45° C, comparées aux 4 à 12° C du lait et du lactosérum.

C. *Traitement de lait cru entier (essais 07T, 02T, 10T)*

1. *Aspects thermiques et hydrodynamiques*

L'essai de traitement thermique 07T de longue durée (6 h) était destiné à suivre l'évolution des paramètres mesurés et calculés en fonction de l'encrassement susceptible de se développer. Une durée d'essai plus courte (3,33 h au lieu de 6 h) et un chambrage plus long (146 s au lieu de 20 s) étaient les différences entre l'essai 02T de moyenne durée et l'essai 07T. Enfin, l'essai 10T de durée courte standard (1,66 h) constituait une référence pour ceux effectués avec les autres

TABLEAU III

Répartition des dépôts dans l'échangeur pour les différents essais (débit 300 l.h⁻¹ ; température de traitement : 95° C)
 Deposit distribution along the heat exchanger for the various experiments
 (flow rate : 300 l.h⁻¹ ; processing temperature : 95° C)

Produit	Code de l'essai	Durée (h)	Chambrage (s)	Température (°C) de :			Masse totale (g)	Masse de dépôt par zone (g)				
				Début d'encrassement*	Dépôt maximal (Masse g.m ⁻²)	Fin d'encrassement*		ZRA	ZC	Total ZRA + ZC	Z CHAMB	ZRR
Lait	07T	6	20	68	86,8 (161,2)	75	134,0	73,0	51,5	124,5	—	9,5
	02T	3	146	73	86,5 (37,2)	95	57,9	18,4	16,4	34,8	23,0	0,1
	10T	1,66	146	78	83,0 (13,3)	95	25,4	5,7	5,2	10,9	14,5	i
Rétentat × 2	04T	1,66	20	81	89,0 (12,9)	87,5	14,6	9,0	4,6	13,6	—	i
	01T	1,66	146	78	83,5 (17,1)	96	29,4	11,1	7,9	19,0	10,4	i
	03T	1,66	146	i	i	i	i	i	i	i	i	i
Lactosérum	09T	1,66	146	57	76,0 (238,7)	95	173,3	132,1	21,6	153,7	19,6	i

* Le début et la fin d'encrassement sont définis par la première et la dernière plaque sur lesquelles sont mesurées des masses significativement différentes de zéro.

i : aucun chiffre n'a pu être déterminé, toutes les densités de dépôt mesurées étant inférieures au seuil de signification : 1,33 g.m⁻².

ZRA : zone de récupération « aller ».

ZRR : zone de récupération « retour ».

ZC : zone de chauffage.

ZCHAMB : zone de chambrage.

produits laitiers dans les mêmes conditions de température de traitement (95° C) et de temps de chambrage (20 s).

Les régulations de la température T_3 et du débit Q étaient satisfaisantes. Ainsi, pour l'ensemble des essais, l'écart-type de T_3 n'a pas excédé 0,9° C et celui du débit était voisin de 0,5 l.h⁻¹ (tabl. 2).

Du point de vue hydrodynamique, l'allure générale de l'évolution de la perte de charge ΔP dans la zone de chauffage était très sensiblement la même au cours des trois essais. On observait un phénomène périodique d'augmentations régulières de ΔP , suivi de chutes brutales après des durées variant de 2,5 à 5 h.

Au plan thermique, seul l'essai 07T de longue durée permettait de noter des variations mesurables. Le taux de récupération (τ) augmentait de 92 à 93 % au cours de la première heure et atteignait une valeur stationnaire (93,4 % ; $\sigma = 0,3$ %) après 4 h. Le coefficient global d'échange de chaleur, U , dans cette même zone de récupération, diminuait lentement de 2200 à 2100 W.m⁻².K⁻¹. Dans la zone de chauffage, U augmentait de 4120 à 5300 W.m⁻².K⁻¹ en 2 h environ puis diminuait régulièrement pour atteindre 4800 W.m⁻².K⁻¹ en fin d'essai (6 h). Dans les deux essais de plus courte durée, 02T et 10T, aucune des variations des données thermiques (τ , U relatif aux deux zones d'échange) n'était significative.

2. Masses de dépôt ; répartition dans l'échangeur (tabl. 3 et fig. 1)

A l'issue de l'essai 07T, la totalité de l'aire de la zone de chauffage et 20 % seulement de l'aire d'échange de la zone de récupération étaient encrassées. L'encrassement de la zone de récupération « aller » débutait à une température voisine de 68° C, augmentait fortement pour atteindre un maximum (161 g.m⁻²) dans le canal à 87° C environ, puis décroissait jusqu'à l'entrée de la zone de chauffage dans laquelle l'encrassement continuait de décroître. Ensuite, seul le début de récupération « retour » était faiblement encrassé jusqu'aux canaux où la température était voisine de 75° C. Sur le profil de répartition des dépôts, les variations de densité de masse d'une plaque à la suivante se faisaient en « dent de scie » (fig. 1). Cette observation, valable pour tous les essais (fig. 2), sera discutée ultérieurement. Pour l'essai 02T de moyenne durée, les masses de dépôts étaient très inférieures à celles de l'essai 07T mais se répartissaient de façon totalement identique en fonction du niveau de température dans les zones de récupération « aller » et de chauffage. En particulier, on localisait une densité maximale de dépôt (37 g.m⁻²) dans le canal à 86,5° C. Ensuite, les densités de dépôts décroissaient, en dépit d'une élévation de la température du lait puis de son maintien à 95° C, jusqu'à devenir nulles dès la fin de la zone de chambrage. Dans l'essai 10T de durée standard, les masses de dépôt étaient encore plus faibles. La distribution était totalement similaire tout au long de l'échangeur avec en particulier un maximum lorsque le lait était au voisinage de 83° C. Avec ce fluide, ZRA + ZC = 10,9 g représentaient 43 % de l'encrassement total de l'échangeur dont 22,4 % (5,7 g) sont localisés en fin de récupération aller.

Des analyses de certains constituants des dépôts ont été effectuées en utilisant une technique originale pour récupérer les faibles dépôts (1 g ou moins par plaque) (DESMARES, 1982 ; MICHEL *et al.*, 1982). Le dépôt récupéré après 6 h dans l'essai 07T sur la face présentant la densité maximale de dépôt révélait la présence de 31 % de matières minérales dont 18,8 % sous forme de calcium.

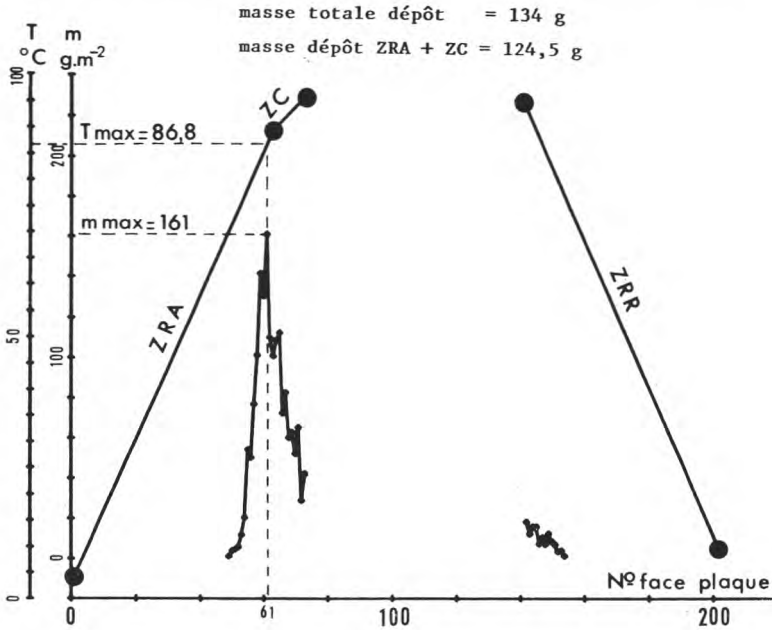


Fig. 1

Profil thermique et masse de dépôt pour l'essai de traitement thermique 07T de longue durée (6 h) avec du lait cru entier de grand mélange (débit : 300 l.h⁻¹ ; température de traitement : $T_3 = 95,4$ °C ; temps de chambrage : 20 s).

Thermal profile and deposit mass versus plate face number for 07T long time (6 h) heat treatment experiment with raw whole bulk milk (flow rate : 300 l.h⁻¹ ; processing temperature : $T_3 = 95,4$ °C ; mean holding time : 20 s).

Total deposit mass = 134 g.

Deposit mass in ZRA + ZC = 124.5 g.

T ●—● : température.
 $T_{m_{\max}}$ ◇—◇ : température de dépôt maximal.
 m ◇—◇ : densité de dépôt.
 $m_{m_{\max}}$: densité maximale de dépôt.
 ZRA : zone de récupération « aller ».
 ZC : zone de chauffage.
 ZCHAMB : zone de chambrage.
 ZRR : zone de récupération « retour ».

Temperature.
 Temperature for maximum deposit.
 Deposit density.
 Maximum density of deposit.
 « Up » regeneration section.
 Heating section.
 Holding section.
 « Back » regeneration section.

Dans un essai strictement identique à 07T mais d'une durée réduite à 40 min, nous avons retrouvé un pic de densité de dépôt localisée entre les faces à 75 et 84° C. Ce maximum séparait très nettement un dépôt riche en protéines (environ 36 %) avec un rapport calcium/protéines de l'ordre de 0,03 d'un encrassement pauvre en protéines (environ 2 %) avec un rapport calcium/protéines variant de 0,7 à 2 dans la zone de chauffage.

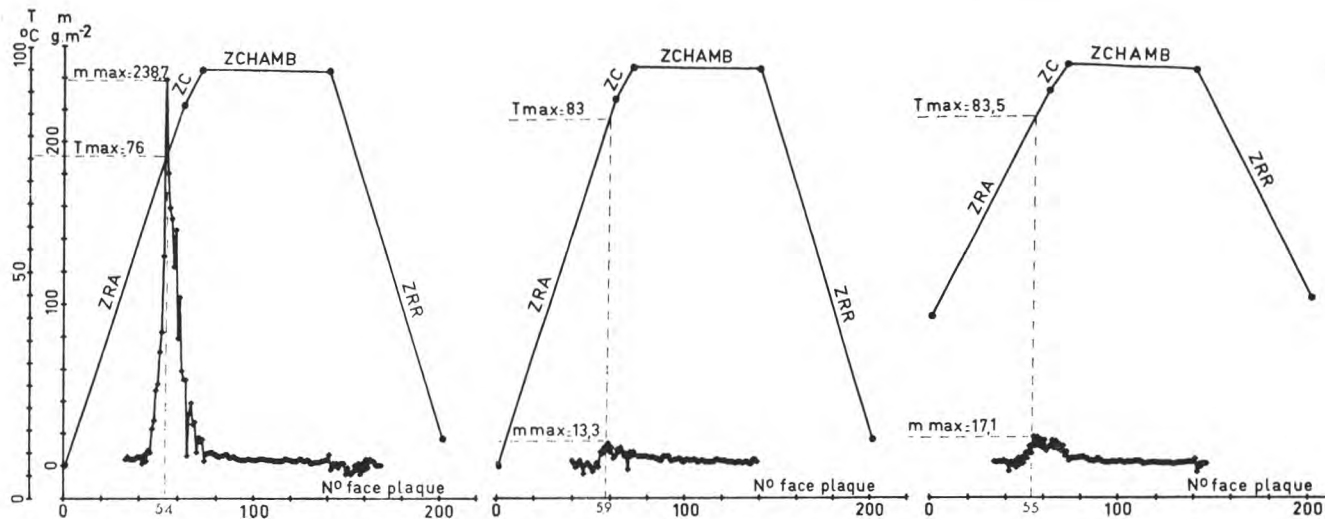


Fig. 2

Profil thermique et masse de dépôt lors d'essais de traitement thermique de durée standard (1,66 h) avec 146 s de temps chambrage pour les trois fluides étudiés

Thermal profile and deposit mass versus face number for standard time (1.66 h) heat treatment experiments with 146 s mean plate holding time for the three studied fluids :

Lactosérum doux de pâte molle (09T)

Soft cheese whey (09T)

$$Q = 298,8 \text{ l.h}^{-1}$$

$$T_3 = 95,2 \text{ °C}$$

$$\text{masse totale dépôt} = 173,3 \text{ g}$$

$$\text{masse dépôt ZRA + ZC} = 153,7 \text{ g}$$

$$\text{Total deposit mass (g)} = 173,3$$

$$\text{Deposit mass in ZRA + ZC (g)} = 153,7$$

Lait cru entier (10T)

Raw whole milk (10T)

$$Q = 299,7 \text{ l.h}^{-1}$$

$$T_3 = 95,8 \text{ °C}$$

$$\text{masse totale de dépôt} = 25,4 \text{ g}$$

$$\text{masse dépôt ZRA + ZC} = 10,9 \text{ g}$$

$$\text{Total deposit mass (g)} = 25,4$$

$$\text{Deposit mass in ZRA + ZC (g)} = 10,9$$

Rétentat x2 d'ultrafiltration
de lait cru entier (01T)

x2 milk ultrafiltration retentate (01T)

$$Q = 300,7 \text{ l.h}^{-1}$$

$$T_3 = 96,1 \text{ °C}$$

$$\text{masse totale dépôt} = 29,4 \text{ g}$$

$$\text{masse dépôt ZRA + ZC} = 19,0 \text{ g}$$

$$\text{Total deposit mass (g)} = 29,4$$

$$\text{Deposit mass in ZRA + ZC (g)} = 19,0$$

T ●—● : température. Temperature.

m ◇—◇ : densité de dépôt Deposit density.

ZC : zone de chauffage. Heating section.

ZCHAMB : zone de chambrage. Holding section.

T_{m ax} : température de dépôt maximal. Temperature for maximum deposit.

m_{m ax} : densité maximale de dépôt. Maximum density of deposit.

ZRA : zone de récupération « retour ». « Up » regeneration section.

ZRR : zone de récupération « aller ». « Back » regeneration section.

T_{m ax} : température de dépôt maximal. Temperature for maximum deposit.

m_{m ax} : densité maximale de dépôt. Maximum density of deposit.

ZRA : zone de récupération « retour ». « Up » regeneration section.

ZRR : zone de récupération « aller ». « Back » regeneration section.

D. *Traitement de rétentat x2*

1. *Rétentat x2 de lait cru entier*

Au cours de l'essai 04T, caractérisé par un temps de chambrage de 20 s, la perte de charge diminuait en 50 min de 7 800 à 7 000 Pa, pour remonter progressivement jusqu'à 7 500 Pa. Les très légères variations des données thermiques ne pouvaient pas être considérées comme significatives.

L'encrassement total (tabl. 3) était légèrement plus faible que dans l'essai 10T précédent, réalisé avec du lait cru. Cependant, la répartition des dépôts était différente : avec le rétentat les masses étaient plus importantes dans les zones de récupération « aller » et chauffage. L'apparition des premiers dépôts se faisait à une température plus élevée (81° C) avec un maximum observé à 89° C. Les derniers dépôts mesurables s'observaient en début de récupération « retour » vers 87,5° C.

Dans l'essai 01T, la durée du chambrage était portée à 146 s et les conditions de travail étaient celles de l'essai 10T sur lait et de l'essai 09T sur lactosérum. La perte de charge, stationnaire à 6 500 Pa pendant 1,4 h, augmentait ensuite jusqu'à 6 800 Pa. Les données thermiques semblaient évoluer significativement après une durée voisine de 1,4 h : diminution de 0,5 % du taux de récupération et diminution du coefficient global de transfert de chaleur.

Dans les zones de récupération « aller » et de chauffage, la répartition et les masses de dépôt étaient pratiquement semblables à celles rencontrées avec un autre lot de rétentat dans l'essai 04T (fig. 2). Les premiers encrassements mesurables apparaissaient vers 78° C. Ensuite, l'encrassement augmentait en « dents de scie » et une densité maximale de 17,1 g.m⁻² existait aux environs de 83,5° C (fig. 2). Globalement l'essai 01T était plus encrassant que l'essai 04T en partie en raison de l'encrassement de la zone de chambrage à plaques utilisée dans l'essai 01T (ZCHAMB = 10,4 g) pour assurer 146 s de chambrage. La densité de dépôt diminuait tout au long de cette zone pour devenir non significative dans la zone de récupération « retour ». Notons que les essais 04T et 01T, réalisés avec deux lots de rétentats x2, conduisaient à un léger décalage quant à la densité maximale de dépôt et à la température où se situait cette dernière.

2. *Rétentat x2 de lait entier préalablement traité thermiquement (essai 03T)*

Le rétentat x2 utilisé dans cet essai provenait de l'ultrafiltration du lait entier traité thermiquement lors de l'essai 02T (95° C, 146 s de chambrage). Les données hydrodynamiques et thermiques n'ont subi aucune variation mesurable.

L'encrassement se traduisait par des films minces visibles à l'œil dans les zones les plus chaudes de l'échangeur mais il n'était pas mesurable par pesée (< 1,33 g.m⁻² ou 0,1 g par face de plaque).

E. *Traitement de lactosérum de pâte molle (essai 09T)*

La perte de charge augmentait régulièrement de 6 600 à 7 500 Pa au cours de cet essai de durée standard (1,66 h). Les données thermiques ne subissaient aucune variation mesurable.

La masse totale de dépôt était pourtant très importante et même supérieure à celle obtenue lors de l'essai de longue durée sur lait (07T) (fig. 1 et 2). Cependant, le début de l'encrassement se produisait à une température plus basse (57° C). De plus, le maximum (238,7 g.m⁻²) était localisé à 76° C, température inférieure à celle notée pour le lait ou le rétentat. Une proportion très élevée (88 %) de l'encrassement était située dans les zones de récupération « aller » et de chauffage. Les dépôts diminuaient dans le chambrage puis disparaissaient au début de la récupération « retour » (fig. 2).

IV. Discussion

A. Caractéristiques hydrodynamiques et temps de séjour

Tous les essais étaient effectués à 300 l.h⁻¹ et à 95° C. Dans ces conditions, la valeur du nombre de Reynolds variait de 3 700 (eau) à 1 100 (rétentat x2). D'après les résultats de CORRIEU et LALANDE (1978) et ROIGNANT *et al.* (1983 b), effectués sur cet échangeur de type V7, le régime d'écoulement des fluides était turbulent.

Cependant, les fluides s'écoulaient à une vitesse moyenne de 0,14 m.s⁻¹, soit environ 2 à 3 fois plus faible que dans les échangeurs à plaques industriels où l'ordre de grandeur des vitesses est 0,3 à 0,4 m.s⁻¹. Des temps de séjour élevés (115 s) étaient donc nécessaires pour porter le produit à sa température de traitement, de même que pour le refroidir (115 s). Il conviendra d'en tenir compte en restant prudent lors de l'extrapolation, à l'échelle industrielle, des procédés technologiques utilisant un traitement thermique, dont la clarification des lactosérum est une bonne illustration (FAUQUANT *et al.*, 1985).

B. Pertes de charge et profil thermique

Les pertes de charge, mesurées dans la zone de chauffage, pour le rétentat x2, le lait et le lactosérum (6 600 à 8 000 Pa) encadraient la valeur prévue par le constructeur (7 000 Pa). Cette valeur de perte de charge montrait l'aptitude de cet échangeur de chaleur à plaques au traitement de rétentat x2 du point de vue des caractéristiques hydrodynamiques, par comparaison à du lait.

De même, les profils thermiques évalués lors des différents essais montraient la concordance des prévisions thermiques du constructeur et de nos résultats expérimentaux (fig. 1 et 2).

Les taux de récupération largement supérieurs à 90 % confirmaient également la faisabilité de tels traitements par le matériel utilisé.

On peut remarquer, en outre, que le comportement hydrodynamique et thermique de l'échangeur n'était pas sensiblement modifié par la nature du fluide traité : rétentat x2, lait, lactosérum.

Nous pensons donc que les traitements thermiques de rétentat x2 peuvent s'effectuer de façon très voisine de ceux du lait.

C. *Traitements de lait cru entier ; mesure de l'encrassement*

La stabilité très satisfaisante de la température T_3 , paramètre asservi au cours des essais, était à attribuer à la qualité du régulateur utilisé. Cependant, une attention particulière devrait être portée à la conception des sondes de température et à leur gainage (réduction des temps de réponse) afin de limiter les difficultés de mesure et donc de régulation de température que l'on rencontre lors de traitements thermiques de fluides fortement encrassants (lactosérum acides, par exemple).

Le deuxième paramètre asservi, le débit Q , présentait également une bonne stabilité et ceci malgré les variations de perte de charge dans l'installation, liées au dégazage des produits et à l'accumulation de poches de gaz. Cette stabilité est à attribuer au régulateur, mais surtout à la pompe volumétrique. La recherche d'une bonne qualité de régulation était justifiée par l'étude de l'influence de l'encrassement sur des paramètres qui dépendaient précisément de la température T_3 et du débit Q . Industriellement, l'utilisation de pompes centrifuges ne permet pas d'obtenir ces performances.

La perte de charge ΔP , dans la zone de chauffage, présentait une succession de montées régulières, suivies de chutes brutales. Ce phénomène était à attribuer au dégazage du lait sous l'action de la température, ce qui provoquait une augmentation progressive de la perte de charge. L'évacuation brutale de la (des) poche(s) de gaz formée(s) entraînait une chute rapide de la perte de charge. L'installation utilisée ne comportait pas de vanne de contrepression ; dans ces conditions, la pression à l'entrée de la zone de chauffage (somme des pertes de charge dans les zones amont) n'atteignait que la valeur de 0,9 bar (tabl. 1) autorisant le dégazage du lait. D'autre part, et contrairement aux conditions industrielles de travail, la faible vitesse de passage du produit ne permettait pas l'entraînement permanent des gaz séparés. Pour ces raisons, la mesure de perte de charge et consécutivement l'épaisseur équivalente du dépôt (grandeur calculée à partir de la perte de charge) ne pouvaient être retenues pour évaluer l'encrassement de notre échangeur.

Au plan thermique, après la stabilisation préalable sur eau de T_3 à sa valeur de consigne, les autres températures évoluaient encore légèrement pendant 1 h, ce qui se traduisait par une augmentation lente du taux de récupération pendant cette période. Ce phénomène, dû à l'inertie thermique de l'installation, a pu être vérifié à l'aide d'un wattmètre mesurant la puissance électrique consommée par la chaudière. Cependant, l'installation trop tardive de cet appareil n'a pas permis de savoir s'il pouvait constituer un capteur d'encrassement, toutes les mesures ayant été faites au cours d'essais de durée courte (1,66 h).

Après la phase d'équilibrage, le taux de récupération restait constant. Pourtant l'échangeur présentait, lors de son démontage, un encrassement dans la fin de la zone de récupération. En conséquence, dans ces conditions, le taux de récupération est un paramètre trop peu sensible pour l'évaluation de l'encrassement dans les conditions de travail utilisées.

Dans la zone de chauffage, le coefficient global d'échange de chaleur (U) était également perturbé pendant 2 h par l'équilibrage thermique. Ensuite, en 4 h, U diminuait significativement (10 % environ). Dans la zone de récupération, U diminuait régulièrement de 5 % pendant la durée de l'essai. Le coefficient global d'échange de chaleur peut constituer, si l'échangeur de chaleur est

initialement équilibré thermiquement, un indicateur d'encrassement pour des traitements de longue durée. Ceci implique que l'on se soit assuré de la stabilité de la valeur de U_0 (échangeur non encrassé) pour valider une augmentation significative de la valeur de R_r . Cependant, dans les essais que nous avons menés, les durées courtes de traitement ne permettaient pas d'utiliser ce paramètre, trop peu sensible pour suivre l'encrassement.

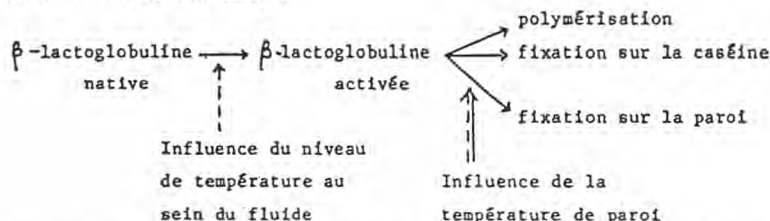
La configuration de notre échangeur (90 % de taux de récupération de chaleur) et la courte durée des essais (1,66 h en général) étaient des conditions défavorables à l'obtention d'encrassements suffisamment importants pour pouvoir être appréhendés par des perturbations thermiques ou hydrodynamiques. A titre d'exemple, les mesures de LALANDE et CORRIEU (1981) ont été réalisées, pour la zone de chauffage, sur un échangeur similaire au nôtre. Cependant, le taux de récupération de chaleur de leur échangeur était beaucoup plus faible (80 %) et le lait entrant dans la zone de chauffage aux environs de 70° C, ce qui privilégiait la formation de dépôt dans cette zone (paragraphe 5.4). De plus, la moyenne logarithmique des écarts de température entre les deux fluides, dans cette même zone, était de 9,3° C dans leur échangeur, contre 5,2° C dans le nôtre ; l'influence de l'augmentation de cet écart de température sur l'importance croissante du dépôt a été signalée par plusieurs auteurs, dont BURTON (1968) et LUND et BIXBY (1975). LALANDE et CORRIEU (1981) obtenaient, dans les conditions décrites ci-dessus, des densités de dépôt de 250 g.m⁻² et leurs capteurs commençaient à être sensibles à l'encrassement à partir de valeurs moyennes de 5 à 10 g.m⁻² dans toute la zone étudiée. Dans nos deux essais les plus encrassants, des densités de cet ordre ou plus importantes étaient également obtenues, mais uniquement sur quelques canaux de la zone de récupération (fig. 1 pour l'essai 07T ; fig. 2 pour 09T).

D. Encrassement par le lait (essais 07T, 02T, 10T)

Pour les trois essais relatifs au lait cru (fig. 1 et 2) les profils des masses de dépôts étaient semblables. En particulier, la densité d'encrassement était importante dans la fin de la zone de récupération « aller ». Cet encrassement se situait dans une zone où la température était supérieure à une limite qui allait de 68° C (essai 07T) à 78° C (essai 10T), limite d'autant plus basse que la durée de l'essai était plus longue, et par conséquent la masse de dépôt plus importante (tabl. 3).

Dans cette même zone de récupération « aller », la densité de dépôt présentait un maximum pour une température allant de 83 à 87° C, suivant les essais, température largement inférieure à la température effective du traitement thermique (95° C). Cet encrassement se situait dans une zone thermique où la dénaturation des protéines solubles devenait significative. Ainsi, AGRAWALA et REUTER (1979) donnent 70° C comme température limite à partir de laquelle la β -lactoglobuline se dénature significativement. De même, DE WITT (1981), utilisant la calorimétrie différentielle pour étudier la dénaturation de la β -lactoglobuline, met en évidence un changement de conformation de la molécule à 70° C, démasquant ainsi les groupements SH et rendant la molécule réactive ainsi que SKUDDER (1981) et SKUDDER *et al.* (1981) ont pu le montrer. Ce pic d'encrassement a déjà été signalé par NAKANISHI et ITO (1966) et LYSTER (1965). LALANDE *et al.* (1984), retrouvant ce même phénomène lors de la stérilisation de lait préalablement traité thermiquement, font l'hypothèse d'un rôle prépondérant de la β -lactoglobuline ; la simulation

de sa dénaturation, sur la base des équations de dénaturation de HILLIER et LYSTER (1979), fait apparaître une concordance entre le profil des masses de dépôt et celui de la vitesse de dénaturation. Ces éléments conduisent les auteurs à proposer un mécanisme dans lequel le comportement de la β -lactoglobuline peut être schématisé de la manière suivante :



HEGE (1984), quant à lui, pense que c'est la teneur en β -lactoglobuline native qui détermine la vitesse d'encrassement. LALANDE *et al.* (1984) évoquent également l'intervention du phosphate de calcium dans la formation des dépôts et montrent que, même si la solubilité inverse de ces sels a été avancée (LYSTER, 1965), elle n'explique pas entièrement la formation de la fraction minérale dans le dépôt.

On constate également que le profil des masses présentait, dans certaines parties des courbes, une allure en « dents de scie » (par exemple fig. 2). Cette allure est explicable par le fait que la circulation des fluides, dans un tel type d'échangeur, ne se fait pas strictement à contre-courant. Dans un canal d'écoulement, une des faces est à contre-courant, alors que l'autre face est à co-courant. Cette dissymétrie des deux faces d'un même canal entraîne, au niveau de chacune de ces faces, des moyennes logarithmiques des écarts de températures différentes, et cette différence a pu être chiffrée à environ 2 — 3° C. Nos résultats expérimentaux mettent donc en évidence le rôle important de la température de paroi sur l'encrassement.

A titre d'exemple, dans l'essai 07T (fig. 2), la partie descendante de la courbe des profils de masse présentait ces « dents de scie » de façon très marquée, traduisant l'effet de températures de parois différentes de part et d'autre d'un même canal. Par contre, dans la partie montante de la courbe, avant le maximum, l'influence de l'augmentation de la température sur le pouvoir encrassant par le lait l'emportait sur l'effet des températures de paroi.

Concernant le maximum de dépôt (tabl. 3), on constate, en comparant les essais de durée croissante (10T, 02T, 07T) que la face correspondant au maximum de dépôt ne variait guère (numéros 59, 61, 61) à 83, 86,5 et 86,8° C, respectivement. En outre, la densité maximale de dépôt augmentait avec la durée (13,3, 37,2 et 161 g.m⁻²).

Dans les essais sur lait cru, la seule différence jusqu'à la fin de la zone de chauffage (ZC) était la durée du traitement. L'évolution des masses totales de dépôt dans ces deux zones décrit donc la cinétique d'encrassement (fig. 3). Un ajustement des points à une fonction du type : masse = at, conduit à la relation : masse = 4,12 t^{1,84} proche de celle donnée par LALANDE et CORRIEU (1981), qui trouvent $\alpha = 2$. Cette cinétique serait donc due à un ensemble de réactions dont la résultante a un ordre voisin de 1/2 pour l'encrassement par le lait.

On peut remarquer que les masses de dépôt sont toujours faibles, en particulier après les courtes durées d'essais. Leur valeur est insuffisante pour perturber les pertes de charge ou les échanges thermiques de façon significative.

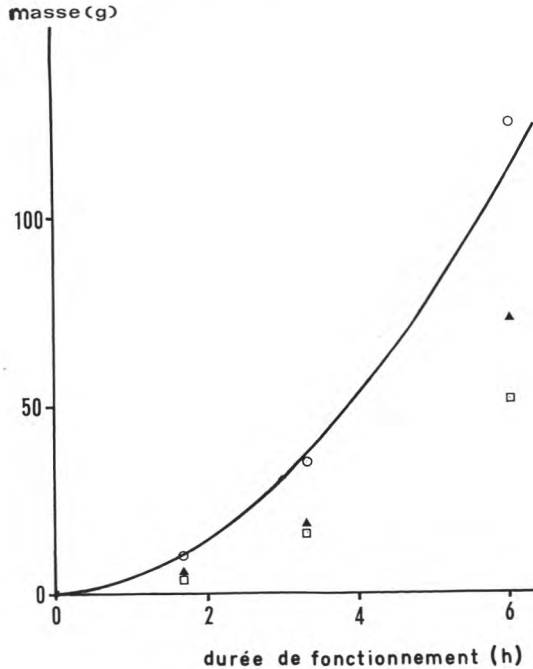


Fig. 3

Masses de dépôt dans la totalité de l'échangeur et dans les zones de récupération aller (ZRA) et de chauffage (ZC) en fonction de la durée de fonctionnement avec du lait cru entier (Essais 10T, 02T, 07T).

▲ masses de dépôt dans ZRA.

□ masses de dépôt dans ZC.

○ total des masses de dépôt dans ZRA + ZC.

— ajustement des masses dans ZRA + ZC selon : $\text{masse (g)} = 4,12 \times \text{temps (h)}^{1,84}$

Deposit mass in whole exchanger and in « up » regeneration (ZRA) and heating (ZC) sections versus running time with raw whole milk heat treatment (Experiments 10T, 02T, 07T).

▲ deposit mass in ZRA.

□ deposit mass in ZC.

○ whole deposit mass ZRA + ZC.

— whole mass in ZRA + ZC adjustment according to : $\text{mass (g)} = 4.12 \times \text{time (h)}^{1.84}$

E. Encrassement par les rétentats x2

Sur les trois essais conduits sur du rétentat x2, les essais 04T et 01T étaient, jusqu'à la fin de la zone de chauffage, totalement identiques et comparables du point de vue des conditions de traitement à l'essai 10T sur lait cru (tabl. 2).

Le début d'encrassement (tabl. 3) était repéré à des niveaux de température comparables pour le lait (78° C) et les rétentats de lait cru (81 et 78° C). De

même les maxima d'encrassement se trouvaient dans les mêmes zones de température (83° C pour le lait, 89 et 83,5° C pour le rétentat x2).

Le total des masses de dépôt dans les zones de récupération montante et de chauffage était un peu plus élevé pour le rétentat x2 (13,6 et 19 g) que pour le lait (10,9 g). Les masses totales relevées aux cours des deux essais comparables, 10T sur lait cru (25,4 g) et 01T sur rétentat x2 (29,4 g), confirmaient cette tendance à un encrassement très légèrement plus fort par le rétentat.

Ainsi, nous appuyant sur des masses de dépôts mesurées au cours d'essais de courte durée, on peut constater que le doublement de la concentration en protéines (en particulier, en protéines solubles) dans le rétentat x2 n'a qu'une très faible tendance à en accroître très légèrement le pouvoir encrassant.

PIERRE *et al.* (1977) trouvent un accroissement de la quantité de protéines solubles dénaturées dans le rétentat x2 par rapport au lait, ce phénomène étant dû à l'augmentation de la concentration en protéines solubles, et non à celle des caséines. Ils notent également que les températures de début de dénaturation sont voisines pour les deux produits. BRULÉ *et al.* (1978) montrent que l'augmentation des concentrations en protéines solubles dans les rétentats x2 se traduit par une précipitation de quantités moindres des sels minéraux lors de traitements thermiques. Ces différents points ont été confirmés depuis pour des rétentats x2 traités dans des échangeurs pilotes (BENCIVENGO, 1980 ; MAHAUT et PANNETIER, 1983).

L'augmentation très légère du pouvoir encrassant du rétentat x2 par rapport au lait pourrait s'expliquer alors par une dénaturation accrue des protéines solubles et une précipitation moins intense des sels minéraux, le résultat global étant, pour le rétentat x2, une augmentation légère de son pouvoir encrassant par rapport au lait. Donc, les mécanismes d'encrassement par le rétentat x2 ne seraient pas sensiblement différents de ceux précédemment proposés.

Le traitement thermique de rétentat x2 obtenu à partir de lait préalablement traité thermiquement (essai 03T) ne provoquait aucun dépôt lors de son passage dans l'échangeur. On retrouve là un comportement identique à celui du lait et décrit dès 1944 par BELL et SANDERS, puis repris par plusieurs auteurs dont BURTON (1966). La comparaison des compositions chimiques (tabl. 2) d'un rétentat x2 de lait cru (essai 01T) et d'un rétentat x2 de lait traité thermiquement (essai 03T) fait apparaître que le traitement thermique du lait diminue, dans le rétentat x2, la concentration en protéines solubles (de 11,7 à 3,5 g.kg⁻¹) et la concentration de β -lactoglobuline + α -lactalbumine non dénaturées (8,1 à 1,1 g.kg⁻¹). La réduction de l'encrassement est donc également, dans ce cas, à relier à la diminution de la concentration en protéines solubles non dénaturées.

F. Encrassement par du lactosérum de pâte molle

L'allure générale du profil de dépôt était similaire à celles rencontrées avec le lait et le rétentat : maximum dans la zone de récupération « aller » ; effet prépondérant de l'écart de température avec le fluide chauffant par rapport à la température au sein du produit. Les masses de dépôts totales étaient cependant très nettement plus élevées (6 à 7 fois plus) que celles mesurées pour le lait et le rétentat x2 traités dans les mêmes conditions de température (à l'exception, pour le rétentat x2, d'une température d'entrée et de sortie de l'ordre de 45° C) (fig. 2). Les températures de début d'encrassement (57° C) et de maximum de dépôts (76° C) étaient nettement inférieures à celles rencontrées avec les deux produits

précédents. DELSING et HIDDINK (1983) proposent un mécanisme d'encrassement où les premières couches seraient des protéines fixées à la surface d'échange par des cations divalents tels Ca^{2+} , la croissance se développant ensuite grâce à des protéines, mais uniquement si le calcium est présent. Dans le lait et le rétentat, l'élévation de température provoque le transfert du calcium vers les caséines (BRULÉ, 1981) contrairement à ce qui se passe dans le lactosérum. Cette disponibilité du calcium dans le lactosérum, associée à la présence de protéines solubles lui conféreront un fort pouvoir encrassant. La présence de concentrations protéiques plus importantes dans le rétentat que dans le lait, et une disponibilité semblable du calcium, rendraient ce rétentat légèrement plus encrassant que le lait. Le rôle du calcium est confirmé par DAUFIN *et al.* (1984) qui constatent que, si on complexe par du citrate le calcium du lactosérum, celui-ci perd presque totalement son pouvoir encrassant.

G. Remarques d'ordre général

En raison du coût d'expérimentation lié aux quantités importantes de matières premières et aux capacités de nos installations pour la préparation de rétentat x2, il ne nous a pas été possible d'effectuer des essais à des vitesses d'écoulement plus proches de la réalité industrielle ($0,3$ à $0,4 \text{ m.s}^{-1}$) pendant des durées longues (6 h par exemple). Ceci doit nous inciter à la prudence lors de l'extrapolation de nos résultats. Cependant, les données biochimiques sur l'instabilité thermique comparée du lait et du rétentat x2 nous autorisent à affirmer que le pouvoir encrassant de ce dernier est réellement légèrement supérieur à celui du lait. De toute évidence, le lactosérum est beaucoup plus susceptible d'entraîner rapidement des dépôts épais. Une expérimentation systématique sur maquette est en cours pour tenter de combler les points restés obscurs dans l'expérimentation à l'échelle pilote.

Enfin, des informations en provenance du milieu industriel nous permettent d'affirmer que le traitement thermique de rétentats x2 de lait ne pose pas plus de problèmes (pertes de charge, aspects thermiques, encrassement, ...) que le traitement du lait dans le cas, il est vrai, d'une thermisation à des fins fromagères ce qui implique des températures très inférieures à notre température d'essai (95°C).

Les résultats présentés dans ce travail tendent à montrer qu'une zone limitée de l'échangeur s'encrasse rapidement. Nous avons, en outre, confirmé que l'existence d'une zone de chambrage long permettait de diminuer sensiblement les dépôts des faces de la zone de récupération « retour ». Ces différents éléments devraient conduire à une réflexion sur la conception des différentes zones des échangeurs à plaques afin, à défaut de supprimer ces dépôts, de les « répartir » en jouant sur l'allongement modéré des temps de séjour dans les zones appropriées, ce qui pose le problème du choix d'un bon compromis entre la durée de fonctionnement d'un échangeur et la qualité du produit (LALANDE *et al.*, 1984).

Conclusion

L'objet principal de ce travail était d'évaluer la faisabilité du traitement thermique du rétentat x2 de lait dans un échangeur à plaques. Les résultats mon-

trent la possibilité de ce traitement, tant au plan hydrodynamique que thermique. En particulier, le rétentat x2 n'a pas un comportement sensiblement différent de celui du lait et les calculs d'échangeurs devant traiter ce produit pourront être menés comme pour le lait en utilisant bien entendu les données connues sur les caractéristiques physiques.

Concernant l'encrassement, le rétentat se comporte globalement comme le lait avec début d'encrassement entre 78 et 80° C et maximum d'encrassement entre 83 et 89° C. Les dépôts dans les différentes parties de l'échangeur sont cependant légèrement plus forts pour le rétentat x2, tant du point de vue de la masse totale que de la densité maximale mesurée sur la face la plus encrassée.

Par rapport au lait, le doublement de la concentration en protéines a un effet peu marqué sur le comportement du produit lors du traitement thermique, contrairement à la suppression de la quasi totalité des caséines qui conduit à un fluide, le lactosérum, très encrassant.

La localisation des dépôts dans une zone restreinte de l'échangeur devrait conduire à des modifications de conception afin de mieux répartir ces dépôts et allonger la durée de fonctionnement des installations entre deux séquences de nettoyage.

Reçu le 2-7-1985.

Accepté pour publication le 15-11-1985.

Remerciements

Nous remercions Electricité de France et la Société VICARB (St-Martin-d'Hères) pour leurs contributions financières et l'intérêt manifesté à l'égard de cette étude. Nous remercions également nos collègues G. CORRIEU, M. LALANDE et R. FERRET (Laboratoire de Génie Industriel Alimentaire - I.N.R.A., Lille) pour leur collaboration scientifique et technique et MM. LEAUTAY et JOUNO (I.N.R.A. - Le Rheu) pour l'aide qu'ils nous ont apportée pour la résolution des problèmes électriques et électroniques tout au long de la phase de montage, de mise en service et d'utilisation de notre plate-forme de traitement thermique. Nous sommes enfin reconnaissants à nos collègues R. PANNETIER et M. MAHAUT pour avoir assuré, au sein de notre laboratoire, la totalité des analyses des produits cités dans ce travail. M. LALANDE et M. MAHAUT nous ont, en outre, donné d'utiles conseils lors de la rédaction de cet article.

Symboles (N.D. = Non Dimensionnel)

A	: Aire d'échange	m ²
C _{pn}	: Chaleur spécifique du fluide à la température T _n	J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
D	: Diamètre hydraulique du canal	m
D ₀	: Diamètre hydraulique en l'absence d'encrassement	m
e	: Epaisseur de la paroi d'échange en acier inoxydable	m
e _a	: Epaisseur équivalente de dépôt	m
F _T	: Facteur de correction de ΔT _{m1} (nécessaire pour prendre en compte la présence simultanée d'échanges à co et contre courant)	N.D.
h _l	: coefficient local d'échange ou de film	W.m ⁻² .K ⁻¹
i = a et b	: indice des fluides a et b de part et d'autre de la paroi d'échange	N.D.

n	:	localisation dans l'échangeur (1 à 10) :	N.D.
		1. Entrée zone ZRA	6. Sortie zone refroidissement
		2. Entrée zone ZC	7. Entrée zone eau chaude
		3. Entrée zone ZCHAMB	8. Sortie zone eau chaude
		4. Entrée zone ZRR	9. Entrée zone eau glacée
		5. Sortie zone ZRR	10. Sortie zone eau glacée
ΔP	:	différence de pression entre l'entrée et la sortie de la zone de chauffage (perte de charge)	Pa
ΔP_o	:	différence de pression en l'absence d'encrassement	Pa
$\frac{\Delta P}{\Delta x}$:	Perte de charge par unité de longueur	Pa.m ⁻¹
Q	:	débit massique du fluide	Kg.s ⁻¹
R_r	:	résistance au transfert de chaleur dû à la couche d'encrassement	W.m ⁻² .K ⁻¹
τ	:	taux de récupération (%)	N.D.
T_n	:	température au point n de l'échangeur	°C
ΔT_{m1}	:	moyenne logarithmique des écarts de température entre les fluides respectivement à l'entrée et la sortie de la zone d'échange thermique	°C
U	:	coefficient global d'échange	W.m ⁻² .K ⁻¹
U_o	:	coefficient global d'échange en l'absence d'encrassement	W.m ⁻² .K ⁻¹
v	:	vitesse moyenne d'écoulement du fluide	m.s ⁻¹
η	:	viscosité dynamique du fluide	Pa.s ⁻¹
λ_i, λ_s	:	conductivités thermiques respectives du fluide et de l'acier inoxydable	W.m ⁻¹ .K ⁻¹
ρ	:	masse volumique	kg.m ⁻³
σ	:	écart-type, unité de la grandeur considérée	
Da	:	nombre de DARCY = $\frac{2D}{\rho v^2} \cdot \frac{\Delta P}{\Delta x}$	N.D.
Nu	:	nombre de NUSSELT = $\frac{h \cdot D}{\lambda}$	N.D.
Re	:	nombre de REYNOLDS = $\frac{D \cdot v}{\eta}$	N.D.
Pr	:	nombre de PRANDTL = $\frac{\eta C_p}{\lambda}$	N.D.

Références bibliographiques

- AGRAWALA S.P., REUTER H., 1979. Effects of different temperatures and holding times on whey protein denaturation in a UHT pilot plant. *Milchwissenschaft*, 34 (12), 735-737.
- BELL R.W., SANDERS C.F., 1944. Prevention of milkstone formation in high temperature short time heater by preheating milk, skim milk and whey proteins. *J. Dairy Sci.*, 27, 499-504.
- BÉNARD S., MAUBOIS J.L., TARECK A., 1981. Ultrafiltration-thermisation du lait à la production : aspects bactériologiques. *Lait*, 61, 435-457.
- BÉNARD S., 1983. *Incidences bactériologiques, physico-chimiques, biochimiques et technologiques de l'ultrafiltration et de la thermisation du lait directement après la traite.* Thèse Docteur-ingénieur, Rennes.

- BENCIVENGO C., 1980. *Conséquences biochimiques (déplacement des équilibres minéraux, dénaturation des protéines solubles) et conséquences technologiques (vitesse d'acidification, temps de coagulation) des traitements thermiques appliqués aux concentrés deux fois par ultrafiltration*. Mémoire fin étude, E.N.S.R.A. Rennes.
- BRULÉ G., 1981. Les minéraux du lait. *Rev. Lait. Fr.*, 400, 61-65.
- BRULÉ G., MAUBOIS J.L., FAUQUANT J., 1974. Etude de la teneur en éléments minéraux des produits obtenus lors de l'ultrafiltration du lait sur membrane. *Lait*, 54, 600-615.
- BRULÉ G., REAL DEL SOL E., FAUQUANT J., FIAUD C., 1978. Mineral salts stability in aqueous phase of milk : influence of heat treatments. *J. Dairy Sci.*, 61, 1225-1232.
- BURTON H., 1966. The effect of forewarming on the formation of deposits from separated milk on a heated wire. XVII Int. Dairy. Cong., Munich, B, 607.
- BURTON H., 1968. Progress of the dairy science : a review and discussion. *J. Dairy Res.*, 35, 317-330.
- CORRIEU G., LALANDE M., 1978. *Pasteurisation du lait sur un échangeur de chaleur à plaques « Vicarb »*. Rapport de fin d'étude de pré-développement, I.N.R.A., Ministère de l'Industrie.
- DAUFIN G., ROIGNANT M., MICHEL F., QUEMERAIS A., LABBÉ J.P., PRIOL M., BRULÉ G., 1984. Interactions lait-matériaux solides. Extrait du rapport d'activité « *Matériaux métalliques massifs* », contrat M.R.T. 83 C 0165.
- DELSING B.M.A., HIDDINK J., 1983. Fouling of heat transfer surfaces by dairy liquids. *Neth. Milk Dairy J.*, 37, 139-148.
- DESMARES A., 1982. *Encrassement d'un échangeur à plaques lors de traitements thermiques du lait et de rétentat d'ultrafiltration ; aspects thermiques et hydrodynamiques*. Mémoire fin d'étude, Spilab, Douai.
- DE WITT J.N., 1981. Structure and functional behaviour of whey proteins. *Neth. Milk Dairy J.*, 35, 47-64.
- FAUQUANT J., VIECO E., BRULÉ G., MAUBOIS J.L., 1985. Clarification des lactosérums doux par agrégation thermocalcique de la matière grasse résiduelle. *Lait*, 65, 1-20.
- HEGE W.U., 1984. *Über die Bildung von Ablagerungen beim Erhitzen von Milch und Molke*. Thèse, Université technologique de Munich.
- HILLIER R.M., LYSTER R.L.J., 1979. Whey protein denaturation in heated milk and cheese whey. *J. Dairy Res.*, 46, 95-102.
- KOROLCZUK J., ROIGNANT M., MAUBOIS J.L., 1985. Computer data acquisition of sinusoidally varying stress and strain. *J. Texture Stud.*, 16, 129-142.
- LALANDE M., CORRIEU G., DAUFIN G., GALLOT-LAVALLÉE T., 1981. *Etude des cinétiques d'encrassement et de nettoyage d'un pasteurisateur de lait à plaques*. C.R. fin d'étude, D.G.R.S.T., n° 79.7.0375, 40-42.
- LALANDE M., CORRIEU G., 1981. Fouling of a plate heat exchanger by milk. In : *Fundamentals and applications of surface phenomena associated with fouling and cleaning in food processing*, 279-288, Hallstrom B., Lund D.E., Tragardh C., Editors, Tylosand, Sweden.
- LALANDE M., TISSIER J.P., CORRIEU G., 1984. Fouling of a plate heat exchanger used in UHT sterilization of milk. *J. Dairy Res.*, 51 (4), 557-568.
- LUND D.B., BIXBY D., 1975. Fouling of heat exchange surfaces by milk. *Process Biochem.*, 10 (9), 52-55.
- LYSTER R.L.J., 1965. The composition of milk deposits in an ultra-high-temperature plant. *J. Dairy Res.*, 32, 203-208.
- LYSTER R.L.J., 1972. Review of the progress of dairy science : chemistry of milk proteins. *J. Dairy Res.*, 39, 279-318.
- MAHAUT M., PANNETIER R., 1983. *Conséquences des traitements thermiques sur le comportement biochimique, physico-chimique et technologique des rétentats x2 obtenus par ultrafiltration de lait*. C.R. fin d'étude, contrat I.N.R.A.-E.D.F.
- MAUBOIS J.L., 1980. Ultrafiltration-thermisation du lait à la ferme. *Bull. SITMA*, 4-5, 73-78.
- MAUBOIS J.L., MAHAUT M., 1974. Applications de l'ultrafiltration sur membranes dans l'industrie laitière. *Rev. Lait. Fr.*, (322), 479-484.

- MELACHOURIS N., 1984. Critical aspects in development of whey protein concentrate. *J. Dairy Sci.*, 67 (11), 2693-2700.
- MICHEL F., KERHERVÉ F.L., DAUFIN G., 1982. Protocole expérimental pour l'analyse qualitative et quantitative des dépôts formés par encrassement des surfaces solides en acier inoxydable. Document non publié.
- NAKANISHI R., ITO T., 1966. A study of milk deposit formation on heat exchange surfaces in UHT systems. XVII Cong. Int. Lait., B3, 612-618.
- PIERRE A., BRULÉ G., FAUQUANT J., PIOT M., 1977-1978. Influence des traitements thermiques sur les propriétés physico-chimiques des rétentats obtenus par ultrafiltration de lait de vache et de lait de chèvre. I. Dénaturation des protéines solubles, 1977. *Lait*, (569-570), 642-662. II. Modifications des propriétés rhéologiques du lait de vache, 1978. *Lait*, 48, (579-580), 575-594.
- PIERRE A., BRULÉ G., FAUQUANT J., 1983. Etude de la mobilité du calcium dans le lait à l'aide du calcium 45. *Lait*, 63, 473-489.
- ROIGNANT M., DAUFIN G., MICHEL F., 1983 a. Dispositif expérimental pour étudier l'encrassement des échangeurs de chaleur alimentaires. *Lait*, 63, (631-632), 363-390.
- ROIGNANT M., DAUFIN G., MICHEL F., DESMARES A., KERHERVÉ L., 1983 b. *Traitements thermiques de lait et de rétentat d'ultrafiltration sur un échangeur de chaleur à plaques : aspects thermiques et hydrodynamiques, encrassement*. C.R. fin d'étude, contrat I.N.R.A.-E.D.F.
- ROUSSEAU P., MAUBOIS J.L., MAHAUT M., 1978. Standardisation du lait en matières azotées par ultrafiltration en fromagerie de pâte cuite. XX Cong. Int. Lait., Paris, 805.
- SKUDDER P.J., 1981. The role of sulphydryl groups in the formation of proteinaceous deposit from milk on heated surfaces. In : *Fundamentals and applications of surface phenomena associated with fouling and cleaning in food processing*. Hallstrom B., Lund D.B., Tragardh Ch., Edit., Tylosand, Sweden, 378-389.
- SKUDDER P.J., THOMAS E.L., PAVEY J.A., PERKIN A.G., 1981. Effects of adding potassium iodate to milk before UHT treatment. I. Reduction in the amount of deposit on heated surfaces. *J. Dairy Res.*, 48, 99-113.